

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representation of  
The original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

# ⑯ Offenlegungsschrift

⑯ DE 41 15 230 A 1

⑯ Int. Cl. 5:

B 22 D 1/00

B 23 K 20/16

F 01 D 5/28

DE 41 15 230 A 1

⑯ Aktenzeichen: P 41 15 230.1  
⑯ Anmeldetag: 10. 5. 91  
⑯ Offenlegungstag: 2. 1. 92

⑯ Unionspriorität: ⑯ ⑯ ⑯

28.06.90 KR 9669/90 28.02.91 KR 3323/91

⑯ Anmelder:

Korea Institute of Machinery & Metals, Changwon,  
Kyongnam, KR

⑯ Vertreter:

Schroeter, H., Dipl.-Phys.; Fleuchaus, L., Dipl.-Ing.;  
Lehmann, K., Dipl.-Ing., 8000 München; Wehser, W.,  
Dipl.-Ing., 3000 Hannover; Gallo, W., Dipl.-Ing. (FH),  
Pat.-Anwälte, 8900 Augsburg

⑯ Erfinder:

Jung, Jae Pil; Lee, Bo Young, Daejeon, KR; Kang,  
Choon Sik, Seoul, KR

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Flüssigphasen-Diffusionsbindung unter Verwendung eines Elementes mit hohem Diffusionsvermögen als  
Einbaumaterial

⑯ Es wird ein Verfahren zur Herstellung einer Flüssigphasen-Diffusionsbindung beschrieben, das ein Einbaumaterial wie z. B. B, C, Si und Hf verwendet, das ein hohes Diffusionsvermögen und einen Schmelzpunkt hat, der höher liegt als der des Basismetalls. Während der Bindung wird das Einbaumaterial nicht geschmolzen, aber es reagiert mit dem Basismetall derart, daß die Diffusionsbindung in einer nicht-oxidierenden Atmosphäre bei einer Temperatur durchgeführt werden kann, die unter dem Schmelzpunkt des Einbaumaterials liegt.

DE 41 15 230 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Diffusionsbindungs-Verfahren, das für die Bindung von Gasturbinen-Schaufern und -Düsen sowie für die Bindung von Legierungen auf Fe-Basis und Nichteisen-Legierungen angewendet werden kann, bei denen ein transientes Flüssigphasen-Bindungsverfahren (das im folgenden mit "TLP" bezeichnet wird) für wärmeresistente Superlegierungen verwendet wird. Im Gegensatz zu dem bestehenden Verfahren haben die Einbaumaterialien, die gemäß der Erfindung verwendet werden, die Eigenschaften, daß ihr Diffusionsvermögen groß ist und ihr Schmelzpunkt höher als der der Basismetalle liegt.

Das TLP-Bindungsverfahren ist seit 1970 entwickelt worden, um die Bindungsfestigkeit von wärmeresistenten Superlegierungen zu verbessern (US-Patent No. 36 78 570). Das bestehende TLP-Bindungsverfahren wird derart durchgeführt, daß ein Einbaumaterial zwischen zwei Basismetalle, die gebunden werden sollen, eingebaut wird. Anschließend wird es lange Zeit bei einer Temperatur (d. h. bei der Bindungstemperatur) gehalten, die höher als der Schmelzpunkt des Einbaumaterials liegt, damit das Einbaumaterial aus der flüssigen Phase isothermisch erstarrt, wodurch es die zwei Basismetalle bindet. Nach diesem Bindungsverfahren gibt es fast keine Unterscheidung zwischen den Basismetallen und der Bindungszone, wodurch die Bindungskraft wesentlich verbessert wird.

Das bestehende TLP-Bindungsverfahren besteht aus folgenden Schritten: Schmelzen des Einbaumaterials; Schmelzen der Basismetalle; isothermische Erstarrung; Homogenisierung der Bindungszone und der Basismetalle. Der wichtigste Faktor, der den Bindungsprozeß beeinflußt, ist das Einbaumaterial. Es wurden große Anstrengungen unternommen, um verbesserte Einbaumaterialien zu entwickeln. Das bestehende Bindungsverfahren verwendet die Einbaumaterialien in Form von Legierungspulvern, Legierungsfilmen und einer Legierungsschicht an der Bindungsfläche, die Elemente mit einem geringeren Diffusionsvermögen enthalten und bei der Bindungstemperatur schmelzen.

Das TLP-Bindungsverfahren (US-Patent No. 41 22 992), das von Duvall et al. entwickelt wurde, verwendet eine Hartlotfolie und benötigt lange Zeit (z. B. bis zu 100 Stunden) bei einer hohen Temperatur für die Homogenisierung der Bindungszone und der Basismetalle. Das führt zu einer verringerten Produktivität und einer Verschlechterung der Basismetalle.

Das Hochenergiestrahlen-Verfahren (US-Patent No. 46 91 856) und das Bor-Packungs-Verfahren, bei denen jeweils eine Legierungsschicht an der Bindungsfläche ausgebildet ist, bringen die Schwierigkeit mit sich, daß die Legierungsschicht in einem Hochtemperaturvakuum oder in einer Edelgasatmosphäre herzustellen ist.

Es ist ein Ziel der Erfindung, eine Flüssigphasen-Diffusionsbindung zu schaffen, in der ein Einbaumaterial (wie z. B. B, C, Si und Hf-Lagen oder -Pulver), das ein hohes Diffusionsvermögen und einen Schmelzpunkt aufweist, der höher als der des Basismetalls ist, nur unter normalem Atmosphärendruck und bei Raumtemperatur in die Bindungsstelle eingebaut werden muß, wodurch der Prozeß vereinfacht wird.

Ein weiteres Ziel der Erfindung ist es, eine Flüssigphasen-Diffusionsbindung aufzuzeigen, in der sich der Bindungsmechanismus von dem des bestehenden Verfahrens derart unterscheidet, daß, während nach dem bestehenden Verfahren das Einbaumaterial bei der Bindungstemperatur geschmolzen wird, das Einbaumaterial nach der Erfindung, wie z. B. B, C, Si und Hf, bei der Bindungstemperatur überhaupt nicht geschmolzen wird. Vielmehr werden nur die Teile der Basismetalle, die mit dem Einbaumaterial reagieren, geschmolzen.

Noch ein weiteres Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung einer Flüssigphasen-Diffusionbindung zu schaffen, bei dem die Bindungszeit (einschließlich der Zeit für die Homogenisierung) im Vergleich zu dem bestehenden TLP-Bindungs-Verfahren aufgrund des hohen Diffusionsvermögens der Einbaumaterialien wesentlich, vorzugsweise auf etwa 1 Stunde, verkürzt ist.

Die Aufgabe der Erfindung wird durch die Maßnahmen des Anspruchs 1 gelöst. Das Verfahren gemäß der Erfindung führt zu einer Flüssigphasen-Diffusionsbindung zur Anwendung bei Superlegierungen, Legierungen auf Fe-Basis und Nichteisen-Legierungen, wobei die Bindungszone und die Basismetalle innerhalb kurzer Zeit zu homogenisieren sind.

Weiterhin ist das Diffusionsvermögen der Einbaumaterialien (wie z. B. B, C, Si und Hf) sehr hoch und die Basismetalle selbst erstarrn nach dem Schmelzen. Deshalb besteht kein Bedarf für eine Homogenisierungs-Behandlung nach dem isothermischen Erstarren, mit dem Ergebnis, daß die Bindungszeit im Vergleich zu dem herkömmlichen TLP-Bindungsverfahren wesentlich verkürzt wird.

Die Vorteile und Merkmale der Erfindung ergeben sich auch aus der nachfolgenden Beschreibung der Erfindung in Verbindung mit den Ansprüchen und den Zeichnungen; es zeigt

Fig. 1 den Unterschied zwischen dem Bindungsprozeß der Erfindung und dem des herkömmlichen TLP-Bindungsverfahrens,

Fig. 2a den Bindungsmechanismus gemäß dem Stand der Technik,

Fig. 2b den Bindungsmechanismus gemäß der Erfindung,

Fig. 3 eine grafische Darstellung, die die Mikrostruktur des Querschnitts der gebundenen Zone zeigt, für den Fall, in dem die Bindung durch Verwendung von Rene '80 als Basismetall hergestellt ist,

Fig. 4 ist eine graphische Darstellung, die die Zugfestigkeiten der Bindungsstelle für den Fall zeigt, bei dem Rene '80 und AISI 304 rostfreier Stahl als Basismetalle verwendet werden.

Fig. 1 zeigt einen Vergleich zwischen den Bindungsprozessen. Nach der Erfindung wird im Gegensatz zu dem herkömmlichen TLP-Verfahren nur das Basismetall bei der Bindungstemperatur geschmolzen, wobei das Schmelzen der Basismetalle und die isothermische Erstarrung während des Homogenisierungsvorgangs von Bor auftreten. Nach US-Patent No. 46 91 856, bei dem eine Legierungsschicht an den Bindungsflächen mittels Hochenergie-Strahlen ausgebildet ist, werden einige der Elemente aus dem Basismetall verdampft, wodurch eine längere Zeit für die Homogenisierung benötigt wird.

Nach der Erfindung wird der Bindungsprozeß jedoch bei atmosphärischem Druck und Umgebungstempera-

tur durchgeführt, mit dem Ergebnis, daß kein Verlust von Elementen aus den Basismetallen auftritt und daß die Homogenisierung gleichzeitig mit der isothermischen Erstarrung erreicht wird. In einer nachfolgenden Tabelle ist der Bindungsmechanismus für den Stand der Technik und die Erfindung durch die Fig. 2a und 2b dargestellt.

Das Hochenergiestrahl-Verfahren hat Nachteile derart, daß ein Laser im Vakuum oder in einer Edelgasatmosphäre verwendet werden muß, und daß einige Elemente aus dem Basismetall während der Hochenergiestrahl-Behandlung verdampft werden.

Ferner benötigt das Bor-Packungs-Verfahren eine Behandlung bei hoher Temperatur (z. B. 700 bis 850°C) und für eine relativ lange Zeit (z. B. 3,5 Stunden). Außerdem werden etwa 20 Stunden zur Homogenisierung der Bindung benötigt.

Gemäß der Erfindung genügt es jedoch, ein Element mit hohem Schmelzpunkt und hohem Diffusionsvermögen in die Bindungszone lediglich bei Raumtemperatur und atmosphärischem Druck einzubauen. Deshalb besteht auch keine Notwendigkeit, die Basismetalle auf eine hohe Temperatur aufzuheizen, bevor die Bindung erfolgt. Außerdem wird keine Zeit für die Ausbildung einer Legierungsschicht benötigt. Weiterhin ergeben sich keine Verluste von Elementen aus den Basismetallen, wie sie während einer Hochtemperatur-Behandlung auftreten, und deshalb läuft die Homogenisierung gleichzeitig mit der isothermischen Erstarrung ab.

Schließlich muß bei der Erfindung ein Einbauelement mit einem hohen Diffusionsvermögen, wie z. B. Bor, nur diffundiert werden, und deshalb beträgt die Bindungszeit (einschließlich der Zeit für die Homogenisierung) nur etwa 1 Stunde, wodurch es möglich wird, die Verschlechterung der Materialien zu verringern und die Produktivität erheblich zu verbessern.

Für eine beispielsweise Anwendung der Erfindung werden die Teile, die gebunden werden sollen, ausreichend poliert und mit Aceton gewaschen. Die gewaschenen Teile werden getrocknet, und anschließend wird ein Einbaumaterial, das einen hohen Schmelzpunkt und ein hohes Diffusionsvermögen hat (z. B. eine Bor-Schicht), zwischen die Teile eingebaut.

Hierbei kann anstelle der Bor-Schicht auch Bor-Pulver verwendet werden. Bei der Verwendung von Bor-Pulver wird dieses mit Alkohol zu einer Lösung vermischt und auf die Bindungsoberfläche aufgebracht. Dann wird der Alkohol von der belegten Oberfläche verdampft, so daß ein Bor-Film auf der Bindungsoberfläche verbleibt. Dieser Vorgang wird bei Raumtemperatur und bei normalem atmosphärischem Druck durchgeführt.

Für die Bindung werden im Fall einer Superlegierung auf Ni-Basis (z. B. Rene '80) oder eines rostfreien Stahls (z. B. AISI 304) die Teile mit dem Einbaumaterial für etwa 1 Stunde in einem Vakuum von weniger als  $10^{-4}$  torr bei einer Temperatur von 1150 bis 1250°C gehalten. In Fig. 3 ist die Mikrostruktur des Querschnitts der gebundenen Zone für den Fall gezeigt, daß Rene '80 als Basismetall und Bor-Pulver als Einbaumaterial verwendet und für 1 Stunde bei 1600°C gegläutet wird. Fig. 4 zeigt die Zugfestigkeiten von Rene '80 und rostfreiem Stahl AISI 304, für den Fall, daß Bor-Pulver als Einbaumaterial verwendet wird.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle

		Stand der Technik	Erfindung
5		TLP-Verfahren	Hochenergie- strahlen-Verfahren
10	U.S. Pat. No.	36 78 570	46 91 856
10	Bindungsmechanismus		Siehe Fig. 2a
15	Schmelzpunkt des Einbaumaterials	tiefer als der Schmelzpunkt des Trägermaterials	höher als der Schmelzpunkt des Trägermaterials
20	Schmelzen oder Nicht-Schmelzen des Einbaumaterials während der Bindung		Nicht-Schmelzen
25	Einbaumaterial	Hartlot-Folie	Legierungsschicht an der Bindungsoberfläche
25	Einbaumaterial- Einbauverfahren	Gewöhnlich in der Normaltemperatur- Atmosphäre durchgeführt	Bindungsoberfläche wird beschichtet mittels Laser oder ähnlichem in einer nichtoxidierenden Atmosphäre
30	Bindungs-Temperatur		Bindungsoberfläche wird beschichtet unter Verwendung von Packungs- Pulvern bei einer Temperatur von 700-850°C
35	Bindungszeit (einschließlich Homogenisierungszeit)	Max. 100 Std.	Schmelzpunkt des Einbaumaterials < Bindungstemperatur < Schmelzpunkt des Trägermetalls
40			im allgemeinen 1 Std.
40			im allgemeinen 20 Std.
45			1 Std.

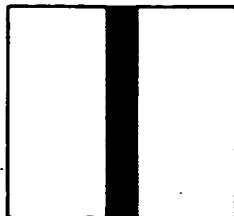
## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Flüssigphasen-Diffusionsbindung, dadurch gekennzeichnet,  
— daß ein Einbaumaterial verwendet wird, das einen Schmelzpunkt hat, der höher liegt als der des Basismetalls, und  
— daß das Basismetall und das Einbaumaterial zur Erreichung der Bindung beheizt und einer Diffusion in einer nicht-oxidierenden Atmosphäre bei einer Temperatur, die niedriger als der Schmelzpunkt des Einbaumaterials ist, unterzogen wird, wobei das Einbaumaterial nicht schmilzt, jedoch eine Reaktion derart erfolgt, daß das Einbaumaterial und das Basismetall miteinander eine Bindung (Hartlötverbindung) eingehen.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Einbaumaterial eines der Elemente B, C, Hf und Si (Bor, Kohlenstoff, Hafnium, Silizium) oder eine Mischung aus diesen Materialien verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß eine geringe Menge eines weiteren Elementes zusammen mit dem Element B, C, Hf oder Si oder einer Mischung aus diesen verwendet wird, wobei das so gebildete Einbaumaterial einen höheren Schmelzpunkt als die Basismetalle hat und bei der Bindungstemperatur nicht schmilzt.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Basismetall entweder aus einer Superlegierung, die als Basis ein Element aus der Reihe Ni, Co, Fe und Ti umfaßt, oder aus einer Legierung auf Fe-Basis bzw. aus einer Nichteisen-Legierung besteht.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Diffusionsbindung unter Verwendung des Einbaumaterials entsprechend einer Beziehung "Bindungstemperatur < Schmelzpunkt des Basismetalls und des Einbaumaterials" durchgeführt wird.

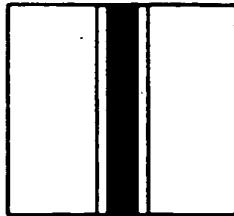
Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

— Leerseite —

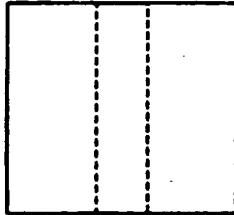
**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**Stand der Technik**

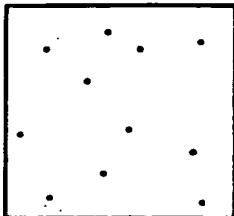
Schmelzen des Einbaumaterials



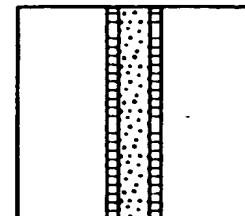
Schmelzen des Basismetalls



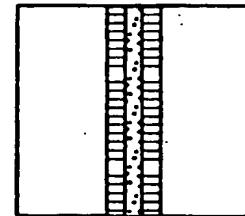
Isothermisches Erstarren



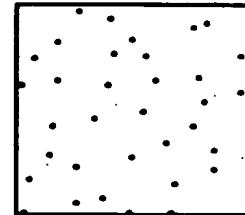
Homogenisierung

**Erfindung**Nicht schmelzendes Einbaumaterial  
(z.B. Bor-Folie oder -Pulver)

Schmelzen des Basismetalls



Diffundieren des Einbaumaterials

Isothermisches Erstarren/  
Homogenisierung**Fig. 1**

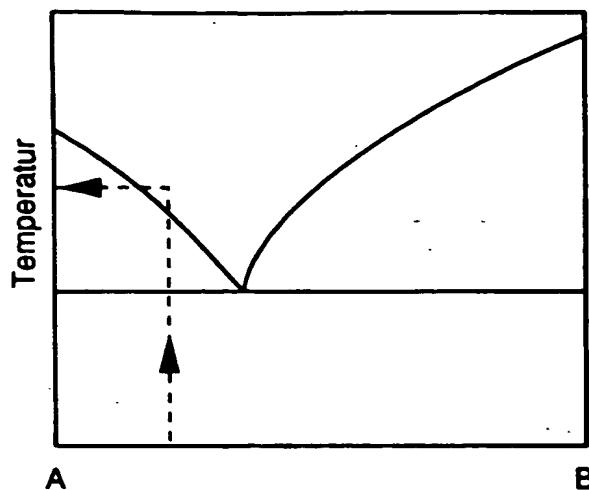


Fig. 2a

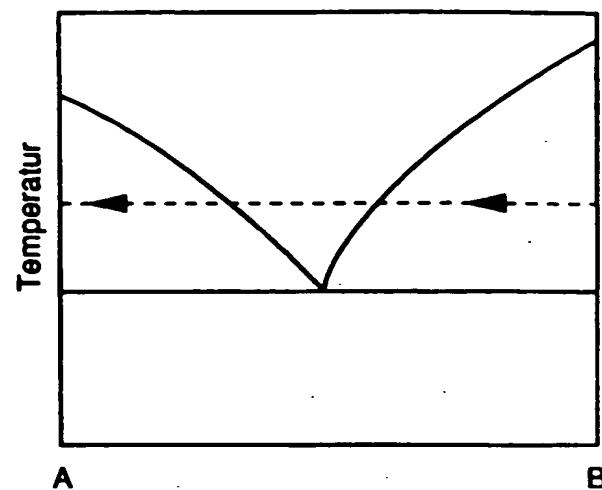


Fig. 2b

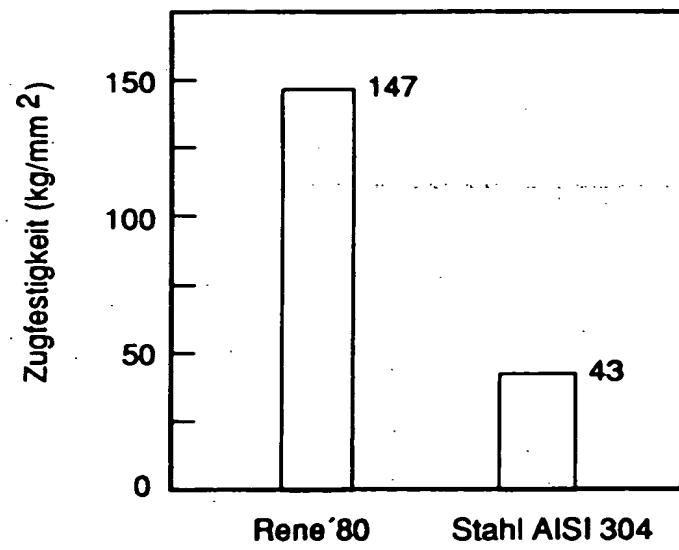


Fig. 4

Bindungszone

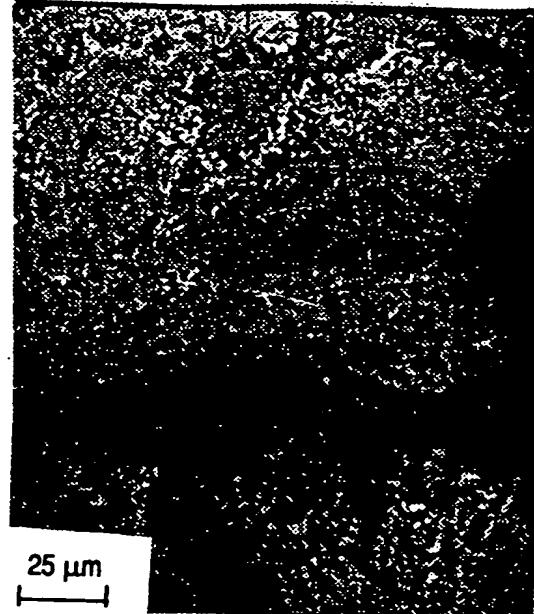


Fig. 3